

2. Document ID: DE 4335623 A1

L1: Entry 2 of 4

File: DWPI

Apr 20, 1995

DERWENT-ACC-NO: 1995-156248

DERWENT-WEEK: 199521

COPYRIGHT 2002 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Use of indolinone derivs. to dye keratin and other fibres, esp human hair - with amino cpds, heterocyclic cpds contg nitrogen, or aromatic hydroxy cpds, avoiding use of oxidising agents

INVENTOR: HOEFFKES, H; MOELLER, H

PRIORITY-DATA: 1993DE-4335623 (October 19, 1993)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
<u>DE 4335623 A1</u>	April 20, 1995		008	A61K007/13

INT-CL (IPC): A61 K 7/13; C09 B 57/00; D06 P 3/04

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 4335623A

BASIC-ABSTRACT:

Indolinone derivs. of formula (I) are used to dye fibres contg. keratin. R1 = H, Ph, 1-4C alkyl, or 2-4C hydroxy- or carboxy-alkyl; R2, R3 = H, F, Cl, Br, iodine, 1-4C alkyl, alkoxy or alkanoyl, NO₂, OH, sulpho, amino or COOH gps.; A = C(H)OH or C=N=R4; R4 = H, OH, amino (opt. subst. with 1-4C alkyl or Ph), 1-4C alkyl, COOH, sulpho, phenyl-(1-4C) alkyl, aryl (opt. subst. with 1-4C alkyl, alkoxy or alkylamino, OH, NO₂, COOH or sulpho), or a gp. derived from a natural aminoacid.

USE - The keratin fibres are esp. wool, fur, skins, and human hair. Other natural fibres, e.g. cotton, jute, sisal, linen or silk, modified natural fibres, e.g. regenerated cellulose and nitro-, alkyl-, hydroxyalkyl- or acetyl-cellulose, and synthetic fibres, e.g. polyamide, polyacrylonitrile, polyurethane and polyester fibres, can also be dyed.

ADVANTAGE - The fibres can be dyed in absence of an oxidising agent. When (I) is used with cpds. with prim. or sec. amino gps., a heterocycle contg. N, or an aromatic OH cpd., brilliant yellow, brown, green and violet shades, resistant to light, washing and rubbing, are obtd.

Full	Title	Citation	Front	Review	Classification	Date	Reference	Sequences	Attachments	KWD
Draw Desc	Clip Img	Image								

 3. Document ID: ES 2105707 T3, DE 4314317 A1, WO 9424988 A1, EP 695162 A1, JP 08509478 W, US 5616150 A, EP 695162 B1, DE 59403193 G

L1: Entry 3 of 4

File: DWPI

Oct 16, 1997

DERWENT-ACC-NO: 1994-342760

DERWENT-WEEK: 199748

COPYRIGHT 2002 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Compsns. for dyeing keratinic fibres, esp. human hair - contg. isatin cpd. and aliphatic amine, aromatic cpd., heterocyclic cpd. or amino sugar.

INVENTOR: HOEFFKES, H; MOELLER, H

PRIORITY-DATA: 1993DE-4314317 (April 30, 1993)

PATENT-FAMILY:



⑯ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑯ Offenlegungsschrift
⑯ DE 43 35 623 A 1

⑯ Int. Cl. 6:
A 61K 7/13

D 06 P 3/04
C 09 B 57/00
// D06P 3/14,3/20,
3/62,3/58,3/34,3/40,
3/24,3/70,3/52

⑯ Aktenzeichen: P 43 35 623.0
⑯ Anmeldetag: 19. 10. 93
⑯ Offenlegungstag: 20. 4. 95

DE 43 35 623 A 1

⑯ Anmelder:

Henkel KGaA, 40589 Düsseldorf, DE

⑯ Erfinder:

Möller, Hinrich, Dr., 40789 Monheim, DE; Höffkes,
Horst, Dr., 40595 Düsseldorf, DE

⑯ Indolinon-Derivate zum Färben keratinhaltiger Fasern

⑯ Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung von Indolinon-Derivaten und bestimmten Derivaten zum Färben von keratinhaltigen Fasern, insbesondere menschlichen Haaren sowie diese Verbindungen enthaltende Färbemittel, insbesondere in Kombination mit Aminen und Aminosäuren und Phenolen.

DE 43 35 623 A 1

Beschreibung

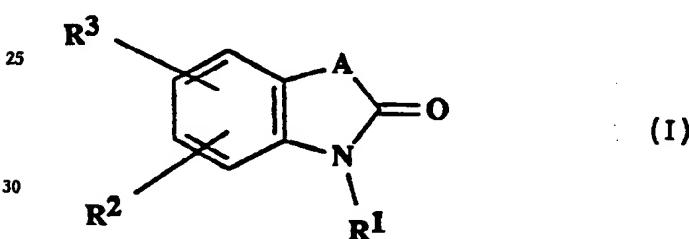
Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung von bestimmten Indolinon-Derivaten zum Färben von keratinhaltigen Fasern sowie diese Verbindungen enthaltende Färbemittel.

Für das Färben von keratinhaltigen Fasern, z. B. Haaren, Wolle oder Pelzen, kommen im allgemeinen entweder direktziehende Farbstoffe oder Oxidationsfarbstoffe, die durch oxidative Kupplung einer oder mehrerer Entwicklerkomponenten untereinander oder mit einer oder mehreren Kupplerkomponenten entstehen, zur Anwendung. Mit Oxidationsfarbstoffen lassen sich zwar intensive Färbungen mit guten Echtheitseigenschaften erzielen, die Entwicklung der Farbe geschieht jedoch unter dem Einfluß von Oxidationsmitteln wie z. B. H_2O_2 , was häufig Schädigungen der Faser zur Folge hat. Direktziehende Farbstoffe werden unter schonenderen Bedingungen appliziert, ihr Nachteil liegt jedoch darin, daß die Färbungen häufig nur über unzureichende Echtheitseigenschaften verfügen.

Überraschenderweise wurde nun gefunden, daß sich bestimmte Indolinon-Derivate auch in Abwesenheit von oxidierenden Agentien hervorragend zum Färben von keratinhaltigen Fasern eignen. Der Einsatz von oxidierenden Agentien soll dabei jedoch keineswegs prinzipiell ausgeschlossen werden.

Als keratinhaltige Fasern kommen z. B. Wolle, Pelze, Felle und menschliche Haare in Betracht. Die unten näher bezeichneten Indolinon-Derivate können prinzipiell aber auch zum Färben anderer Naturfasern, wie z. B. Baumwolle, Jute, Sisal, Leinen oder Seide, modifizierter Naturfasern, wie z. B. Regeneratcellulose, Nitro-, Alkyl- oder Hydroxylalkyl- oder Acetylcellulose und synthetischer Fasern, wie z. B. Polyamid-, Polyacrylnitril-, Polyurethan- und Polyesterfasern verwendet werden.

Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung von Indolinon-Derivate der Formel I



wobei R¹ für ein Wasserstoffatom, eine Phenyl-, eine C₁—C₄-Alkyl- oder eine C₂—C₄-Hydroxy- oder -Carboxy-alkylgruppe steht und R² und R³ unabhängig voneinander Wasserstoffe, Fluor-, Chlor-, Brom- oder Jodatome, C₁—C₄-Alkyl-, C₁—C₄-Alkoxy-, C₁—C₄-Alkanoyl-, Nitro-, Hydroxy-, Sulfo-, Amino- oder Carboxylgruppen darstellen und A für eine Gruppe C(H)OH oder für eine Gruppe C = N—R⁴ steht, wobei R⁴ ein Wasserstoffatom, eine Hydroxy-, eine gegebenenfalls mit C₁—C₄-Alkyl oder Phenyl substituierte Amino-, eine C₁—C₄-Alkyl-, eine Carboxy-, eine Sulfo-, eine Phenyl-(C₁—C₄-alkyl)-gruppe, eine gegebenenfalls mit C₁—C₄-Alkyl, C₁—C₄-Alkoxy, Amino, C₁—C₄-Alkylamino, Hydroxy, Nitro, Carboxy oder Sulfo substituierte Arylgruppe oder einen von einer natürlichen Aminosäure abgeleiteten Rest bedeutet, zum Färben von keratinhaltigen Fasern.

Vorzugsweise werden zum Färben von keratinhaltigen Fasern Indolinon-Derivate der Formel I verwendet, in denen R¹ für Wasserstoff steht und R² und R³ unabhängig voneinander Wasserstoffe, Sulfo-, Carboxylgruppen oder Fluor-, Chlor- oder Bromatome darstellen, und falls A für eine Gruppe C = N—R⁴ steht, R⁴ Wasserstoff ist.

Die Indolinon-Derivate der Formel I ergeben Nuancen im Gelb-Bereich. Die Waschbeständigkeit der Färbungen ist überraschend hoch. Besonders brillante Färbungen im Gelb-, Braun-, Grün- und Violettbereich mit guten Echtheitseigenschaften (Lichtechtheit, Waschechtheit Reibechtheit) werden erzielt, wenn die Indolinon-Derivate der Formel I gemeinsam mit Verbindungen mit primärer oder sekundärer Aminogruppe, mit einer Stickstoff enthaltenden heterocyclischen Verbindung oder einer aromatischen Hydroxyverbindung verwendet werden.

Ein weiterer Erfindungsgegenstand sind deshalb Mittel zum Färben von keratinhaltigen Fasern, enthaltend mindestens ein Indolinon-Derivat der Formel I und eine Verbindung mit primärer oder sekundärer Aminogruppe, einen Stickstoff enthaltenden Heterocyclus oder eine aromatische Hydroxyverbindung sowie einen wasserhaltigen Träger.

Geeignete Verbindungen mit primärer oder sekundärer Aminogruppe sind z. B. primäre aromatische Amine wie N-(2-Hydroxyethyl)-N-ethyl-, N,N-Bis-(2-hydroxyethyl)-, N-(2-Methoxyethyl)-, 2,3-, 2,4-, 2,5-, 2-Chlor-p-phenyleniamin, 2,5-Dihydroxy-4-morpholinoanilin-dihydrobromid, 2-, 3-, 4-Aminophenol, o-, m-, p-Phenyleniamin, 2,5-Diaminotoluol, -phenol, -anisol, -phenethol, 2-Chlor-p-phenyleniamin, 4-Methylamino-, 3-, 4-Dimethylamino-, 3,4-Methylenedioxyanilin, 3-Amino-2,4-dichlor-, 4-Methylamino-, 2-Methyl-5-amino-, 3-Methyl-4-amino-, 2-Methyl-5-(2-hydroxyethylamino)-, 2-Methyl-5-amino-6-chlor-, 2-Methyl-5-amino-4-chlor-, 2-Methyl-5-amino-6-chlor-, 5-(2-Hydroxyethylamino)-4-methoxy-2-methyl-4-Amino-2-aminomethylphenol, 1,3-Diamino-2,4-dimethoxybenzol, 2-, 3-, 4-Aminobenzoësäure, -phenylessigsäure, 2,3-, 2,4-, 2,5-, 3,4-, 3,5-Diaminobenzoësäure, 4-, 5-Aminosalicylsäure, 3-Amino-4-hydroxy-, 4-Amino-3-hydroxy-benzoësäure, 2-, 3-, 4-Aminobenzolsulfonsäure, 3-Amino-4-hydroxybenz Isulfonsäure, 4-Amino-3-hydroxynaphthalin-1-sulfonsäure, 6-Amino-7-hydroxynaphthalin-2-sulfonsäure, 7-Amino-4-hydroxynaphthalin-2-sulfonsäure, 4-Amino-5-hydroxynaphthalin-2,7-disulfonsäure, 3-Amino-2-naphthoësäure, 3-Aminophthalsäure, 5-Aminoisophthalsäure, 1,3,5-, 1,2,4-Triaminobenzol, 1,2,4,5-Tetraaminobenzol-tetrahydrochlorid, 2,4,5-Triaminophenol-trihydrochlorid, Pentaaminobenzol-pentahydrochlorid, Hexamaminobenzol-hexahydrochlorid, 2,4,6-Triaminoresorcintrihydrochlorid, 4,5-Diaminobrenzcatechin-sulfat, 4,6-Diaminopyrogallol-dihydrochlorid, 3,5-Diamino-4-hydroxybrenzcatechin-sulfat, aromatische

Aniline bzw. Phenole mit einem weiteren aromatischen Rest wie 4,4'-Diaminostilben-dihydrochlorid, 4,4'-Diaminostilben-2,2'-disulfinsäure, Na-Salz, 4,4'-Diaminodiphenylmethan-, -sulfid, -sulfoxid, -amin, 4,4'-Diaminodiphenylamin-2-sulfinsäure, 4,4'-Diaminobenzophenon, -diphenylether, 3,3',4,4'-Tetraaminodiphenyltetrahydrochlorid, 3,3',4,4'-Tetraamino-benzophenon, 1,3-Bis-(2,4-diaminophenoxy)-propan-tetrahydrochlorid, 1,8-Bis-(2,5-diaminophenoxy)-3,6-dioxatan-tetrahydrochlorid, 1,3-Bis-(4-aminophenylamino)-propan, -2-propanol, 1,3-Bis-[N-(4-aminophenyl)-2-hydroxyethylamino]-2-propanol, Bis-[2-(4-aminophenoxy)-ethyl]-methylaminotrichlorid.

Geeignete stickstoffhaltige Heterocyclen sind z. B. 2-, 3-, 4-Amino-, 2-Amino-3-hydroxy-, 2,6-Diamino-, 2,5-Diamino-, 2,3-Diamino-, 2-Dimethylamino-5-amino-, 3-Amino-2-methylamino-6-methoxy-, 2,3-Diamino-6-methoxy-, 2,4,5-Triamino-, 2,6-Dihydroxy-3,4-dimethylpyridin, 4,5,6-Triamino-, 4-Hydroxy-2,5,6-triamino-, 2,4,5,6-Tetraamino-, 2-Methylamino-4,5,6-triamino-, 2,4-, 4,5-Diamino-, 2-Amino-4-methoxy-6-methyl-pyrimidin, 3,5-Diamino-pyrazol, -1,2,4-triazol, 3-Amino-, 3-Amino-5-hydroxypyrazol, 2-, 3-, 8-Aminochinolin, 4-Aminochinolin, 2-, 6-Aminonicotinsäure, 5-Aminoisochinolin, 4-, 5-, 6-, 7-Aminoindol, 5-, 6-Aminoindazol, 5-, 7-Amino-benzimidazol, -benzothiazol, 2,5-Dihydroxy-4-morpholinoanilin sowie Indol- und Indolinderivate, z. B. 5,6-Dihydroxyindol, 5,6-Dihydroxyindolin und 4-Hydroxyindolin, sowie deren mit vorzugsweise anorganischen Säuren wie z. B. Salz- oder Schwefelsäure gebildeten Salze.

Geeignete aromatische Hydroxyverbindungen sind z. B. 2-, 4-, 5-Methylresorcin, 3-Dimethylaminophenol, Resorcin, 3-Methoxyphenol, Brenzkatechin, Hydrochinon, Pyrogallol, Phloroglucin, Hydroxyhydrochinon, 2-, 3-, 4-Methoxy-, 3-Dimethylamino-, 2-(2-Hydroxyethyl)-, 3,4-Methylendioxyphenol, 2,4-, 3,4-Dihydroxybenzoësäure, -phenylessigsäure, Gallussäure, 2,4,6-Trihydroxybenzoësäure, -acetophenon, 2-, 4-Methyl-, 2-, 4-Chlorresorcin, 1-, 2-Naphthol, 1,5-, 2,3-, 2,7-Dihydroxynaphthalin, 6-Dimethylamino-4-hydroxy-2-naphthalinsulfonsäure, 3,6-Dihydroxy-2,7-naphthalinsulfonsäure.

Besonders geeignete Verbindungen mit primärer oder sekundärer Aminogruppe sind Aminosäuren oder aus 2 bis 9 Aminosäuren aufgebaute Oligopeptide. Ein weiterer Erfindungsgegenstand sind deshalb Mittel zum Färben von keratinhaltigen Fasern, enthaltend mindestens ein Indolinon-Derivat der Formel I und mindestens eine Aminosäure oder ein aus 2 bis 9 Aminosäuren aufgebautes Oligopeptid sowie einen wasserhaltigen Träger.

Als Aminosäuren kommen alle natürlich vorkommenden und synthetischen Aminosäuren in Frage, z. B. die durch Hydrolyse aus pflanzlichen oder tierischen Proteinen, z. B. Kollagen, Keratin, Casein, Elastin, Sojaprotein, Weizengluten oder Mandelprotein zugänglichen Aminosäuren. Dabei können sowohl sauer als auch alkalisch reagierende Aminosäuren eingesetzt werden. Geeignete Oligopeptide sind alle aus natürlich vorkommenden und synthetischen Aminosäuren aufgebauten Oligopeptide. Die Oligopeptide können dabei natürlich vorkommende oder synthetische Oligopeptide, aber auch die in Polypeptid- oder Proteinhydrolysaten enthaltenen Oligopeptide sein, sofern sie über eine für die Anwendung in den erfundungsgemäßen Färbemitteln ausreichende Wasserlöslichkeit verfügen. Als Beispiele sind z. B. Glutathion oder die in den Hydrolysaten von Kollagen, Keratin, Casein, Elastin, Sojaprotein, Weizengluten oder Mandelprotein enthaltenen Oligopeptide zu nennen.

Zum Einsatz in den erfundungsgemäßen Färbemitteln eignen sich jedoch besonders diejenigen Aminosäuren oder Oligopeptide, die ausgewählt sind aus der Gruppe Tyrosin, Histidin, Lysin, Phenylalanin, Ornithin, DOPA, Arginin und Tryptophan.

In allen erfundungsgemäßen Färbemitteln können auch mehrere verschiedene Indolinon-Derivate der Formel I gemeinsam zum Einsatz kommen; ebenso können auch mehrere verschiedene Komponenten aus den Gruppen von Verbindungen mit primärer oder sekundärer Aminogruppe, von stickstoffhaltigen Heterocyclen oder aromatischen Hydroxyverbindungen gemeinsam verwendet werden.

Die erfundungsgemäßen Färbemittel ergeben bereits bei physiologisch verträglichen Temperaturen von unter 45°C intensive Färbungen. Sie eignen sich deshalb besonders zum Färben von menschlichen Haaren. Zur Anwendung auf dem menschlichen Haar können die erfundungsgemäßen Färbemittel in einen wasserhaltigen kosmetischen Träger eingearbeitet werden. Geeignete wasserhaltige kosmetische Träger sind z. B. Cremes, Emulsionen, Gele oder auch tensidhaltige schäumende Lösungen wie z. B. Shampoos oder andere Zubereitungen, die für die Anwendung auf dem Haar geeignet sind.

Der wasserhaltige kosmetische Träger enthält üblicherweise Netz- und Emulgiermittel wie anionische, nicht-ionische oder ampholytische Tenside, z. B. Fettalkoholsulfate, Alkansulfonate, α -Olefinsulfonate, Fettalkoholpolyglykolethersulfate, Alkylglycoside, Ethylenoxidanlagerungsprodukte an Fettalkohole, an Fettsäuren, an Alkylphenole, an Sorbitanfettsäureester, an Fettsäurepartialglyceride und Fettsäurealkanolamide; Verdickungsmittel, z. B. Fettalkohole, Fettsäuren, Paraffinöle, Fettsäureester und andere Fettkomponenten in emulgiertter Form; wasserlösliche polymere Verdickungsmittel wie natürliche Gummien, z. B. Gummi arabicum, Karaya-Gummi, Guar-Gummi, Johanniskernmehl, Leinsamengummien und Pektin, biosynthetische Gummien, z. B. Xanthan-Gummi und Dextrane, synthetische Gummien, z. B. Agar-Agar und Algin, Stärke-Fraktionen und Derivate wie Amylose, Amylopektin und Dextrine, modifizierte Cellulosemoleküle, z. B. Methylcellulose, Hydroxyalkylcellulose und Carboxymethylcellulose, Tone wie z. B. Bentonit oder vollsynthetische Hydrokolloide, z. B. Polyvinylalkohol oder Polyvinylpyrrolidon, haarpflegende Zusätze, wie z. B. wasserlösliche kationische Polymere, anionische Polymere, nichtionische Polymere, amphotere oder zwitterionische Polymere, Pantothensäure, Vitamine, Pflanzenextrakte oder Cholesterin, pH-Stellmittel, Komplexbildner und Parfumöle sowie Reduktionsmittel zur Stabilisierung der Inhaltsstoffe, z. B. Ascorbinsäure, schließlich können auch Farbstoffe zum Einfärben der kosmetischen Zubereitungen enthalten sein.

Außerdem kann der Zusatz von Lösungsvermittlern wie Ethylen-, 1,3-Propylen-, 1,2-Propylen-, 1,2-Butylen-glykol, Glycerin, Ethanol, tert. Butanol, 2-Propanol oder Phenethol in Mengen von 2—50% nützlich sein.

Die Indolinon-Derivate der Formel I sowie die Verbindungen mit primärer oder sekundärer Aminogruppe, z. B. Aminosäuren oder aus 2 bis 9 Aminosäuren aufgebaute Oligopeptide, bzw. die stickstoffhaltigen Heterocyclen sind dabei in einer Menge von jeweils 0,3 bis 65, vorzugsweise 6 bis 20 mMol, jeweils bezogen auf 100 g des

gesamten Färbemittels, enthalten.

Für das Färbeergebnis kann es vorteilhaft sein, den Färbemitteln Ammonium- oder Metallsalze zuzugeben. Geeignete Metallsalze sind z. B. die Formiate, Carb nate, Halogenide, Sulfate, Butyrate, Valeriat, Capronat, Acetate, Lactate, Glykolate, Tartrate, Citrate, Gluconate, Propionate, Phosphate und Phosphonate des Kaliums, 5 Natriums, Lithiums, Magnesiums, Calciums, Strontiums, Bariums, Mangans, Eisens, Kobalts, Kupfers, Zinks; bevorzugt sind Natriumacetat, Lithiumbromid, Calciumbromid, Calciumgluconat, Zinkchlorid Zinksulfat, Magnesiumchlorid, Magnesiumsulfat, Ammoniumcarbonat, -chlorid und -acetat, die im gegebenen Falle in einer Menge von 0,3 bis 65, vorzugsweise 6 bis 20 mMol, bezogen auf 100 g des gesamten Färbemittels, enthalten sind.

10 Der pH-Wert der gebrauchsfertigen Färbezubereitungen liegt zwischen 2 und 11, vorzugsweise zwischen 5 und 9.

Zum Haarefärben werden die erfundungsgemäßen Färbemittel in Form des wasserhaltigen, kosmetischen Trägers in einer Menge von 100 g auf das Haar aufgebracht, ca. 30 Minuten dort belassen und dann ausgespült oder mit einem handelsüblichen Haarspshampoo ausgewaschen.

15 Die beiden reaktiven Komponenten (Indolinon-Derivat der Formel I und aminogruppenhaltige Verbindung, stickstoffhaltiger Heterocyclus bzw. aromatische Hydroxyverbindung) können entweder gleichzeitig auf das Haar aufgebracht werden oder aber auch nacheinander, wobei es keine Rolle spielt, welche der beiden Komponenten zuerst aufgetragen wird; die Ammonium- oder Metallsalze können dabei der ersten oder zweiten Komponente zugesetzt werden. Zwischen dem Auftragen der ersten und der zweiten Komponente können bis zu 30 Minuten Zeitabstand liegen. Auch eine Vorbehandlung der Haare mit der Salzlösung ist möglich.

20 Die beiden reaktiven Komponenten können getrennt und zusammen entweder wasserfrei oder bereits in der fertigen Formulierung gelagert werden. Bei der getrennten Lagerung werden die reaktiven Komponenten erst unmittelbar vor der Anwendung miteinander innig vermischt. Dabei ist bei der trockenen Lagerung eine definierte Menge warmen (50–80°C) Wassers hinzuzufügen und eine homogene Mischung herzustellen.

25 Die folgenden Beispiele sollen den Erfindungsgegenstand näher erläutern, ohne ihn jedoch hierauf zu beschränken.

Beispiele

30 Die Synthese der 3-Hydroxy-2-indolinone kann z. B. gemäß der in "L. Kalb, Ber. dt. chem. Ges., 44, 1455 (1911)" beschriebenen Methode erfolgen.

3-Imino-2-indolinone sind im allgemeinen durch Reaktion von entsprechenden Isatin-Derivaten mit Aminen oder Hydrazinen zugänglich. 3-Imino-2-indolinon wird z. B. durch Einleiten von NH₃ in eine ethanolische Isatinlösung erhalten (A. Reißert, H. Hoppmann, Ber. dt. chem. Ges., 57, 979 (1924)).

35 Herstellung einer Färbelösung

40 Es wurde eine Aufschlämmung von 10 mMol eines Indolinon-Derivates der Formel I und 10 mMol einer aminogruppenhaltigen Verbindung, einer aromatischen Hydroxyverbindung bzw. eines stickstoffhaltigen Heterocyclus, 10 mMol Natriumacetat und ein Tropfen einer 20-%igen Fettalkylethersulfat-Lösung in 100 ml Wasser bereitet. Die Aufschlämmung wurde auf Siedetemperatur erhitzt und nach dem Abkühlen filtriert, der pH-Wert wurde anschließend auf 6 eingestellt.

45 In diese Färbelösung wurden bei 30°C 30 Minuten lang zu 90% ergraute, nicht vorbehandelte Menschenhaare eingebbracht. Die jeweiligen Färbetemperaturen, Färbedauern, Farbnuancen und Farbtiefen sind den Tabelle 1 bis 3 zu entnehmen.

45 Die Farbtiefe wurde dabei nach folgender Skala bewertet:

– : keine oder eine sehr blasse Ausfärbung

(+): schwache Intensität

+: mittlere Intensität

50 +(+) : mittlere bis starke Intensität

++ : starke Intensität

++(+) : starke bis sehr starke Intensität

++ + : sehr starke Intensität

55

60

Tabelle 1

Ausfärbungen mit 5-Brom-3-hydroxy-2-indolinon

Aminogruppenhaltige Verbin-
dung bzw. stickstoffhalti-
ger Heterocycclus

	Färbnuance	Farbtiefe	
	blaß	-	5
4,4'-Diaminodiphenylamin H_2SO_4	blauschwarz	+++	10
N,N-Bis-(2-hydroxyethyl)-p-phenylenediamin H_2SO_4	violettrot (rotviolett)	++(+)	15
N,N-Dimethyl-p-phenylenediamin H_2SO_4	violettrot	++	20
2-(2,5-Diaminophenyl)-ethanol (Betoxol) H_2SO_4	dunkel kupfer	++	25
4,5,6-Triaminopyrimidin H_2SO_4	hell orange	+	30
p-Toluylenediamin H_2SO_4	violettrot	++(+)	35
2,4,5,6-Tetraaminopyrimidin H_2SO_4	rostrot	++	40
3,4-Diaminobenzoësäure	hell orange	(+)	45
1,8-Bis-(2,5-diaminophenoxy)-3,6-dioxaoctan 4HCl	violett	++(+)	50
			55
			60
			65

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65

Tabelle 2

Ausfärbungen mit 3-Hydroxy-2-indolinon

Aminogruppenhaltige Verbin-
dung bzw. stickstoffhalti-
ger Heterocyclus

Färbnuance

Farbtiefe

			+
	gelb		
p-Toluylendiamin H ₂ SO ₄	rostrot	++(++)	
2,4,5,6-Tetraaminopyrimidin H ₂ SO ₄	orangerot	+(+)	
2-(2,5-Diaminophenyl)-ethanol H ₂ SO ₄	rostrot	++	
2-Methylamino-3-amino-6-methoxypyridin 2HCl	dunkelbraunviolett	++	

Table 3

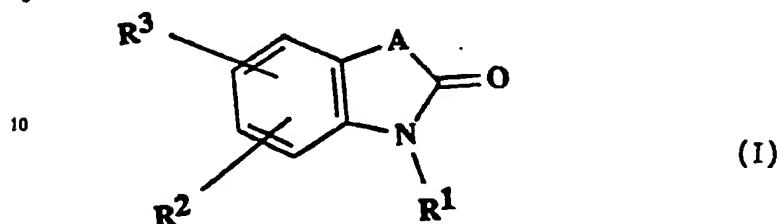
Ausfärbungen mit 3-Imino-2-indol-inon

Aminogruppenhaltige Verbindung bzw. stickstoffhaltiger Heterocyclus

Patentansprüche

1. Verwendung von Indolin-n-Derivaten der Formel I

5



15

wobei R^1 für ein Wasserstoffatom, eine Phenyl-, eine C_1-C_4 -Alkyl- oder eine C_2-C_4 -Hydroxy- oder -Carboxyalkylgruppe steht und R^2 und R^3 unabhängig voneinander Wasserstoffe, Fluor-, Chlor-, Brom- oder Jodatome, C_1-C_4 -Alkyl-, C_1-C_4 -Alkoxy-, C_1-C_4 -Alkanoyl-, Nitro-, Hydroxy-, Sulfo-, Amino- oder Carboxylgruppen darstellen und A für eine Gruppe $C(H)OH$ oder für eine Gruppe $C = N - R^4$ steht, wobei R^4 ein Wasserstoffatom, eine Hydroxy-, eine gegebenenfalls mit C_1-C_4 -Alkyl oder Phenyl substituierte Amino-, eine C_1-C_4 -Alkyl-, eine Carboxy-, eine Sulfo-, eine Phenyl-(C_1-C_4 -alkyl)-gruppe, eine gegebenenfalls mit C_1-C_4 -Alkyl, C_1-C_4 -Alkoxy, Amino, C_1-C_4 -Alkylamino, Hydroxy, Nitro, Carboxy oder Sulfo substituierte Arylgruppe oder einen von einer natürlichen Aminosäure abgeleiteten Rest bedeutet, zum Färben von keratinhaltigen Fasern.

2. Verwendung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß in der Formel I R^1 für Wasserstoff steht und R^2 und R^3 unabhängig voneinander Wasserstoffe, Sulfo-, Carboxylgruppen oder Fluor-, Chlor- oder Bromatome darstellen, und falls A für eine Gruppe $C = N - R^4$ steht, R^4 Wasserstoff ist.

3. Mittel zum Färben von keratinhaltigen Fasern, insbesondere menschlichen Haaren, enthaltend

- mindestens ein Indolinon-Derivat der Formel I,
- mindestens eine Verbindung mit primärer oder sekundärer Aminogruppe, einen Stickstoff enthaltenden Heterocyclus oder eine aromatische Hydroxyverbindung,
- und einen wasserhaltigen Träger.

4. Mittel nach Anspruch 3, enthaltend mindestens eine Verbindung der Formel I, mindestens eine Aminosäure oder ein aus 2 bis 9 Aminosäuren aufgebautes Oligopeptid und einen wasserhaltigen Träger.

5. Mittel nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Aminosäure oder das Oligopeptid ausgewählt sind aus der Gruppe Tyrosin, Histidin, Lysin, Phenylalanin, Ornithin, DOPA, Arginin und Tryptophan.

6. Mittel nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Indolinon-Derivat der Formel I in einer Menge von 0,3 bis 65, vorzugsweise 6 bis 20 mMol, und mindestens eine aminogruppenhaltige Verbindung, ein Stickstoff enthaltender Heterocyclus oder eine aromatische Hydroxyverbindung, in einer Menge von 0,3 bis 65, vorzugsweise 6 bis 20 mMol, jeweils bezogen auf 100 g des gesamten Färbemittels, enthalten sind.

7. Mittel nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Indolinon-Derivat der Formel I in einer Menge von 0,3 bis 65, vorzugsweise 6 bis 20 mMol, und mindestens eine Aminosäure oder ein aus 2 bis 9 Aminosäuren aufgebautes Oligopeptid in einer Menge von 0,3 bis 65, vorzugsweise 6 bis 20 mMol, jeweils bezogen auf 100 g des gesamten Färbemittels, enthalten sind.

50

55

60

65